

**VAPOR DEPOSITION DEVICE, ORGANIC VAPORIZATION SOURCE AND PRODUCTION OF ORGANIC THIN FILM**

Publication number: JP10158820

Publication date: 1998-06-16

Inventor: NAGASHIMA NAOKI; TAKAHASHI NATSUKI; NEGISHI TOSHIO

Applicant: ULVAC CORP

Classification:

- International: C23C14/12; C23C14/12; (IPC1-7): C23C14/12

- european:

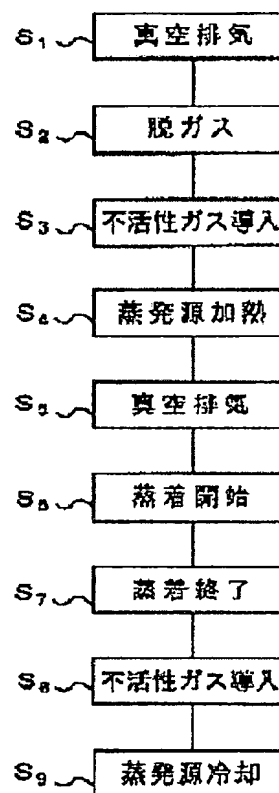
Application number: JP19960342649 19961206

Priority number(s): JP19960342649 19961206

Report a data error here

## Abstract of JP10158820

PROBLEM TO BE SOLVED: To eliminate the temp. overshooting of an org. thin film material, to shorten the heating and cooling time and to suppress the generation of org. compd. vapor except during vapor deposition. SOLUTION: An org. thin film material arranged in an org. vaporization source is placed in an inert gas atmosphere and heated to a specified temp. (S3, S4), evacuation is conducted to generate the vapor of the material (S5), and an org. thin film is formed (S6, S7). Since the vaporization of the material is suppressed in the inert gas atmosphere, the material is effectively utilized. Further, as the inert gas acts as a heating medium, the heating rate is increased, and the heat is sufficiently equalized. The cooling rate is increased, when the cooling is performed in the inert gas atmosphere.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

M-1556

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-158820

(43) 公開日 平成10年(1998) 6月16日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

C 2 3 C 14/12

識別記号

F I

C 2 3 C 14/12

審査請求 未請求 請求項の数 9 F D (全 10 頁)

(21) 出願番号 特願平8-342649  
(22) 出願日 平成 8 年 (1996) 12 月 6 日

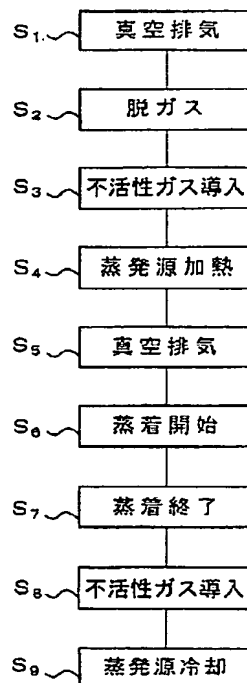
(71) 出願人 000231464  
日本真空技術株式会社  
神奈川県茅ヶ崎市萩園2500番地  
(72) 発明者 長嶋 直樹  
神奈川県茅ヶ崎市萩園2500番地 日本真空  
技術株式会社内  
(72) 発明者 高橋 夏木  
神奈川県茅ヶ崎市萩園2500番地 日本真空  
技術株式会社内  
(72) 発明者 根岸 敏夫  
神奈川県茅ヶ崎市萩園2500番地 日本真空  
技術株式会社内  
(74) 代理人 弁理士 石島 茂男 (外 1 名)

(54) 【発明の名称】 蒸着装置、有機蒸発源、有機薄膜製造方法

(57) 【要約】

【課題】有機薄膜材料の温度オーバーシュートを無くし、昇降温時間を短縮し、また、蒸着時以外の有機化合物蒸気の発生を抑制する。

【解決手段】有機蒸発源内に配置された有機薄膜材料を不活性ガス雰囲気において所定温度まで昇温させ (S<sub>3</sub>、S<sub>4</sub>)、真空雰囲気にして有機薄膜材料の蒸気を発生させ (S<sub>5</sub>)、有機薄膜の形成を行う (S<sub>6</sub>、S<sub>7</sub>)。不活性ガス雰囲気中では有機薄膜材料蒸気の発生が抑えられるので、有機薄膜材料が有効活用できる。また、不活性ガスが熱媒体となるので、昇温速度が速く、均熱性もよい。降温の際も不活性ガス雰囲気下で行うと冷却速度が速くなる。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 真空排気可能に構成された真空槽と、有機薄膜材料が納められた有機蒸発源とを有し、前記有機薄膜材料の温度を制御してその蒸気を発生させると前記真空槽内に配置された成膜対象物表面に有機薄膜を形成できるように構成された蒸着装置であって、前記真空槽にはガス導入口が設けられ、前記真空槽内に不活性ガスを導入できるように構成されたことを特徴とする蒸着装置。

【請求項2】 有機薄膜材料が配置される蒸発源容器を有し、前記有機薄膜材料の温度を制御してその蒸気を発生させ、放出口から真空槽内に放出できるように構成された有機蒸発源であって、前記蒸発源容器と放出口の間にガスバルブが設けられ、前記ガスバルブを閉じると、前記蒸発源容器内は、真空雰囲気にも不活性ガス雰囲気にも置けるように構成されたことを特徴とする有機蒸発源。

【請求項3】 有機蒸発源内に配置された有機薄膜材料を蒸着させる有機薄膜形成方法であって、有機薄膜の蒸着開始ならびに終了を不活性ガスの導入に基づく真空度の変化により行うことを特徴とする有機薄膜形成方法。

【請求項4】 有機蒸発源内に配置された有機薄膜材料を所定温度まで温度変化させて前記有機薄膜材料の蒸気を発生させ、前記有機薄膜材料の蒸気を真空槽内に放出させ、前記真空槽内に配置された成膜対象物上に有機薄膜を形成する有機薄膜製造方法であって、前記有機薄膜材料の温度変化を不活性ガス雰囲気中で行うことを特徴とする有機薄膜製造方法。

【請求項5】 前記不活性ガス雰囲気は、13.3Pa以上の圧力であることを特徴とする請求項4記載の有機薄膜製造方法。

【請求項6】 前記有機薄膜材料が所定温度まで温度変化した後、真空雰囲気に置き、前記成膜対象物上への有機薄膜の形成を開始することを特徴とする請求項4又は請求項5のいずれか1項記載の有機薄膜製造方法。

【請求項7】 前記有機薄膜材料を不活性ガス雰囲気に置く前に、真空雰囲気に置き、脱ガスを行うことを特徴とする請求項4乃至請求項6のいずれか1項記載の有機薄膜製造方法。

【請求項8】 前記成膜対象物上への有機薄膜の形成後、前記有機薄膜材料を降温させる際、前記有機薄膜材料を不活性ガス雰囲気に置くことを特徴とする請求項4乃至請求項7のいずれか1項記載の有機薄膜製造方法。

【請求項9】 前記有機薄膜材料は粉体であることを特徴とする請求項3乃至請求項8のいずれか1項記載の有機薄膜製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、成膜対象物表面に有機薄膜を形成する有機薄膜製造方法と、その方法を行うのに適した蒸着装置及び有機蒸発源に関する。

## 【0002】

【従来の技術】従来のエレクトロニクス技術は半導体を中心とする無機物を対象としてきたが、近年では、有機化合物を用いた機能性有機薄膜が着目されている。

【0003】有機化合物を用いる理由として、

- ① 無機物より多様な反応系・特性が利用できる。
  - ② 無機物より低エネルギーで表面処理ができる。
- という利点が挙げられる。

【0004】機能性有機薄膜を利用するものには、有機EL素子、圧電センサ、焦電センサ、電気絶縁膜等があるが、これらのうち、有機EL素子は、ディスプレイパネルとして利用できることから注目されており、表示部分の大口径化のために、大面積基板に均一に有機薄膜を形成できる技術が求められている。

【0005】しかしながら従来の有機薄膜製造工程には、Al薄膜やSiO<sub>2</sub>薄膜等の金属薄膜や無機薄膜を形成するための真空蒸着装置が転用されており、有機薄膜の形成に適した蒸着装置は未だ開発されていない。

【0006】ここで、有機薄膜材料と無機薄膜材料とを比較すると、有機薄膜材料には以下のような特徴が認められる。

【0007】① 有機薄膜材料は蒸気圧が高く、その蒸発源温度は、金属蒸発源が600℃～2000℃程度と高温であるのに対し、0℃(場合によっては零下)～400℃の間にあり、20℃～400℃の温度範囲で分解を起こしてしまうものも多い。従って、蒸発時に精密な温度制御を行うことが望ましい。金属薄膜を形成する際には、一般に、エレクトロンビームを金属蒸発源に照射するE/B蒸着装置が用いられているが、有機薄膜材料にとってはエネルギーが高すぎ、エレクトロンビームを照射されると分解してしまう。

【0008】② 有機薄膜材料のうちには粉体のものもあるが、一般に、粉体状の材料は熱伝導が悪く、特に真空中で加熱しようとする、真空の断熱効果により昇温や冷却を行わずらく、制御温度と実際の温度との間に遅れを生じる場合がある。他方、そのような粉体状の材料は、一旦蒸発源の温度が上がってしまうと、輻射冷却だけでは冷えにくく、加熱を停止しても蒸発がすぐには終了しない場合がある。いわゆる、蒸発の「きれ」が悪いという問題である。

【0009】③ 有機薄膜材料は、蒸気圧が高いため、低温度の真空槽の槽壁に吸着したものが、真空槽の温度上昇により離脱(再蒸発)する場合があります、離脱粒子が有機薄膜中に混入すると、有機薄膜の特性を劣化させる場合がある。

【0010】④ 有機薄膜材料には水分を吸着し易い物

質が多いが、水分を吸着すると特性が変質してしまうものがある。また、多層の有機薄膜を形成する際に、水分が有機薄膜に取り込まれると、界面の特性が変化してしまう場合がある。特に、有機EL素子や圧電素子等の機能性素子を作成する場合、最終的な性能に欠陥を生じてしまうことがある。

【0011】⑤ 金属蒸発源は、蒸発するときに方向性を持ち、その方向は余弦則(COS LAW)に従って蒸発源からほぼ直進する性質を持つが、有機薄膜材料によっては拡散に近い回り込み現象を起こす場合がある。

【0012】⑥ 蒸着重合膜を成膜する場合は、同時に蒸着する2つの有機薄膜材料の組成比が化学量論比に従っていることが必要である。組成比が化学量論比からずれてしまった場合は、圧電素子ではその機能が失われるか、若しくは低下してしまう。組成比を化学量論比にするためには、成膜速度の精密制御が必要である。

【0013】以上のように、有機薄膜材料には取り扱いに困難な点が多い。従来用いられている真空蒸着装置の蒸発源には以下のような種類があるが(図8(a)～(e))、上述した有機薄膜材料の性質や、要求される有機薄膜の特性により、いずれも使用に適さない。

【0014】(A) 蒸発源容器101を金属で形成し、直接通電して加熱し、薄膜材料を蒸発させる方式(図8(a):直接抵抗加熱タイプ)

この方式は、金属が融解する温度域では温度安定性に優れているが、有機薄膜材料が蒸発する温度域では安定性・制御性が悪い。従って、有機化合物蒸気(有機薄膜材料の蒸気)の発生速度が不安定となる。また、有機薄膜材料のうちには金属を腐食させたり、金属と反応するものがあるが、容器を構成する金属に対してそのような腐食性・反応性がある有機薄膜材料は使用できない。

【0015】(B) 蒸発源容器111、121廻りに抵抗加熱体112、122を置き、通電加熱することによって間接的に加熱し、薄膜材料を蒸発させる方式(同図(b):コニカルバスケットタイプ、同図(c):Kセルタイプ)。

この方式は、金属が融解する温度域では温度安定性に優れているが、有機薄膜材料が蒸発する温度域では安定性・制御性が悪い。従って、有機化合物蒸気の発生速度が不安定となる。また、この方式の抵抗加熱体112は、裸の金属線材を用いるのが普通であるが、有機薄膜材料は、無機薄膜材料に比べ、回り込み現象を生じ易い。有機薄膜材料中に金属キレート等が含まれている場合には、抵抗加熱体112間が短絡してしまうことがある。また、Kセルタイプの蒸発源は構造が複雑であるため、内部清掃がしにくく、薄膜材料を完全には除去できない。従って、蒸発源容器111、121内の薄膜材料を異なる種類のものに交換したとき、前の薄膜材料のコンタミが生じる可能性がある。

【0016】(C) 石英等の光透過性材料から成る蒸発

源容器131を用い、赤外線ランプ133によって薄膜材料を輻射加熱して蒸発させる方式(同図(d):ランプヒーター型蒸発源)。

この方式は、低温での温度制御性は優れているが、蒸発源容器131の比熱容量が大きいので、制御温度と実際の薄膜材料の温度との間に温度差が生じてしまう。他方、薄膜材料自体の温度を測定して制御を行う場合、温度オーバーシュートを起こし易く、有機薄膜材料では分解してしまう虞がある。また、赤外線ランプ133から射出された熱線を透過させるため、蒸発源容器131は石英等の透明材料で構成する必要があるが、透明材料は清掃や交換の際に破損が生じ易い。更に、蒸発源容器131が長期の使用によって曇ってしまい、赤外線の透過強度が位置によって異なるようになると、熱伝導率の悪い有機薄膜材料では局部過熱を起こしてしまう虞がある。また、有機薄膜材料のうちには、特定の波長の光により変質してしまうものがあるが、そのような有機薄膜材料は、この方式で蒸気を発生させられない。

【0017】(D) 電子ビーム145を薄膜材料に照射し、蒸発させる方式(同図(e):E/Bガン)。

電子ビーム145を照射すると有機薄膜材料は分解してしまうため、用いることができない。

【0018】以上説明したように、無機系薄膜材料を蒸発させる従来技術の(A)～(D)の方式は、有機薄膜材料に適用するためには不完全なものである。特に、有機薄膜材料の温度オーバーシュートによる分解の問題や、有機薄膜材料の加熱の困難性については、無機系薄膜材料では見られなかった問題であり、その解決が望まれている。

【0019】

【発明が解決しようとする課題】本発明は上記従来技術の不都合を解決するために創作されたもので、その目的は、昇温の際の温度オーバーシュートが生じず、有機薄膜材料の主成分を熱分解させる事なく短時間で所望温度まで温度変化させることができる技術を提供することにある。

【0020】また、蒸着時以外の有機化合物蒸気の発生を抑え、有機薄膜材料を有効に利用できる技術を提供することにある。

【0021】

【課題を解決するための手段】上記課題を解決するために、請求項1記載の発明装置は、真空排気可能に構成された真空槽と、有機薄膜材料が納められた有機蒸発源とを有し、前記有機薄膜材料の温度を制御してその蒸気を発生させると前記真空槽内に配置された成膜対象物表面に有機薄膜を形成できるように構成された蒸着装置であって、前記真空槽にはガス導入口が設けられ、前記真空槽内に不活性ガスを導入できるように構成されたことを特徴とする。

【0022】請求項2記載の発明装置は、有機薄膜材料

が配置される蒸発源容器を有し、前記有機薄膜材料の温度を制御してその蒸気を発生させ、放出口から真空槽内に放出できるように構成された有機蒸発源であって、前記蒸発源容器と放出口の間にガスバルブが設けられ、前記ガスバルブを閉じると、前記蒸発源容器内は、真空雰囲気にも不活性ガス雰囲気にも置けるように構成されたことを特徴とする。

【0023】他方、請求項3記載の発明方法は、有機蒸発源内に配置された有機薄膜材料を蒸着させる有機薄膜形成方法であって、有機薄膜の蒸着開始ならびに終了を不活性ガスの導入に基づく真空度の変化により行うことを特徴とする。

【0024】また、請求項4記載の発明方法は、有機蒸発源内に配置された有機薄膜材料を所定温度まで温度変化させて前記有機薄膜材料の蒸気を発生させ、前記有機薄膜材料の蒸気を真空槽内に放出させ、前記真空槽内に配置された成膜対象物上に有機薄膜を形成する有機薄膜製造方法であって、前記有機薄膜材料の温度変化を不活性ガス雰囲気で行うことを特徴とする。

【0025】この請求項4記載の有機薄膜製造方法については、請求項5記載の発明方法のように、前記不活性ガス雰囲気を、13.3Pa以上の圧力にするとよい。

【0026】また、請求項4又は請求項5のいずれか1項記載の有機薄膜製造方法については、請求項6記載の発明方法のように、前記有機薄膜材料が所定温度まで温度変化した後、真空雰囲気に置き、前記成膜対象物上への有機薄膜の形成を開始することができる。

【0027】請求項4乃至請求項6のいずれか1項記載の有機薄膜製造方法については、請求項7記載の発明方法のように、前記有機薄膜材料を不活性ガス雰囲気に置く前に、真空雰囲気に置き、脱ガスを行うことができる。

【0028】請求項4乃至請求項7のいずれか1項記載の有機薄膜製造方法については、請求項8記載の発明方法のように、前記成膜対象物上への有機薄膜の形成後、前記有機薄膜材料を降温させる際、前記有機薄膜材料を不活性ガス雰囲気に置くことができる。

【0029】以上説明した請求項4乃至請求項8のいずれか1項記載の有機薄膜製造方法については、請求項9記載の発明方法のように、前記有機薄膜材料に粉体を用いると効果的である。

【0030】上述の本発明の蒸着装置の構成によれば、真空槽内を真空排気した後、不活性ガスを導入して有機蒸発源内の有機薄膜材料を不活性ガス雰囲気に置くことができるので、有機薄膜材料の温度制御をする際に、不活性ガスが対流を生じ、昇温速度や降温速度を早めることができる。

【0031】特に、有機薄膜材料が粉体の場合には、粉体の粒子間に不活性ガスが侵入して熱媒体として働くので、有機薄膜材料の局所的過熱や温度オーバーシュート

が生じなくなり、有機薄膜材料の分解を防止できる。

【0032】一般に、有機化合物蒸気の発生量は、真空雰囲気中よりも不活性ガス雰囲気中の方が少ないので、有機薄膜材料の加熱・冷却を不活性ガス雰囲気で行うと、その間は、有機化合物蒸気の発生が抑制されるので、薄膜形成に用いられない無駄な蒸気が発生しなくなり、有機薄膜材料の使用効率を高め、製造コストを低下させることができる。

【0033】特に、昇温の際に不活性ガス雰囲気に置くと、温度均一性も向上するので、不活性ガス雰囲気から真空雰囲気に変更し、有機化合物蒸気を発生させる場合に、有機化合物蒸気の発生速度が安定するまでの時間が短くなり、蒸着作業を早く開始できる。

【0034】他方、降温の際に有機薄膜材料を不活性ガス雰囲気に置くと、冷却速度が速くなるばかりでなく、有機化合物蒸気が発生しなくなるので、蒸発の「きれ」が良くなり、高価な有機蒸発材料の無駄がなくなる。

【0035】次に、上述の本発明の有機蒸着源の構成によれば、有機薄膜材料を蒸発源容器内に納め、所定温度まで昇温させてその蒸気を発生させ、放出口から真空槽内に放出させる前に、蒸発源容器と放出口の間に設けられたガスバルブを閉じた状態で蒸発源容器内を一旦真空状態にし、次いで不活性ガスを導入して有機薄膜材料を不活性ガス雰囲気に置くことができる。

【0036】その不活性雰囲気の状態で、真空雰囲気においては有機化合物蒸気が発生する温度まで有機薄膜材料を加熱すると、容積の大きい真空槽内に不活性ガスを導入しなくても無駄な有機化合物蒸気を発生させずに済む。真空槽内に不活性ガスを導入する場合に比べると、不活性ガスの使用量を減らすことができ、また、不活性ガス雰囲気の圧力が安定するまでの時間や、真空槽内を真空排気する時間が短くなり、作業時間が短縮する。

【0037】また、蒸着の開始ならびに終了を不活性ガスの導入に基づく真空度の変化によって行う(蒸着を開始するときは不活性ガスの導入を停止して真空度上げ、蒸着を終了するときは蒸発しない圧力まで不活性ガスを導入することにより、真空度の変化のみで蒸着をON(開始)、OFF(停止)することができる。これにより高価な有機蒸発材料の無駄がなくなる。

【0038】このような不活性ガス雰囲気の圧力は、実験によれば、高圧力側では $2.0 \times 10^3 \text{ Pa}$ (15 Torr)、低圧力側では13.3Pa(0.1Torr)の範囲で効果が確認されているが、圧力を高くしすぎると不活性ガス使用量が増え、また、真空排気に要する時間が長くなるので、66.5Pa(0.5Torr)以下の圧力が望ましい。

【0039】また、不活性雰囲気では有機薄膜材料を所定温度まで昇温させた後、真空雰囲気にして成膜対象物上への有機薄膜の形成を開始する際には、真空雰囲気の圧力は、 $1.33 \times 10^{-4} \text{ Pa}$ ( $1.0 \times 10^{-6} \text{ Torr}$ )

以下の圧力、望ましくは  $1.33 \times 10^{-5} \text{ Pa}$  ( $1.0 \times 10^{-7} \text{ Torr}$ ) 以下の圧力にすると有機薄膜の膜質が向上する。

【0040】なお、有機薄膜材料の脱ガスを行うためには、有機薄膜材料を不活性ガス雰囲気において昇温させる前に、一旦真空雰囲気において蒸発温度よりも低い温度で加熱することが望ましい。

【0041】

【発明の実施の形態】図1の符号10は、本発明の一例の蒸着装置であり、図示しない真空ポンプ(クライオポンプが望ましい)によって真空排気可能に構成された真空槽11を有している。

【0042】真空槽11の底壁には、有機蒸発源が複数設けられており、ここでは2個の有機蒸発源121、122を示すものとする。その有機蒸発源121、122は、それぞれ放出口141、142を有しており、有機蒸発源121、122内にそれぞれ有機薄膜材料を納めて所定温度に加熱すると、放出口141、142から、有機薄膜材料を構成する有機化合物蒸気を真空槽11内に放出できるように構成されている。

【0043】有機蒸発源121、122の上方には、基板ホルダー30が設けられており、その表面には、成膜したい面が放出口141、142に向けられて成膜対象物13(ガラス基板)が保持されている。

【0044】この真空槽11には、ガスパイプ28が接続されており、ガスボンベ22内に充填された不活性ガス(ここでは窒素ガス)を、バルブ241、マスフローコントローラ23、バルブ242を介して流量制御しながらガスパイプ28内を流し、その不活性ガスをガス導入口29から真空槽11内に導入できるように構成されている。

【0045】成膜対象物13表面近傍には、開閉自在な基板シャッター35が設けられ、他方、有機蒸発源121、122の放出口141、142近傍には、開閉自在な蒸発源シャッター331、332が設けられており、放出口141、142から有機化合物蒸気が放出される場合でも、基板シャッター35や蒸発源シャッター331、332を閉じておけば、成膜対象物13表面には有機化合物蒸気が到達できないようにされている。

【0046】また、蒸発源シャッター331、332の上方位置には、放出口141、142から放出された有機化合物蒸気の成膜対象物13への到達を妨げないように、膜厚モニター361、362が配置されており、蒸発源シャッター331、332を開けると膜厚モニター361、362に有機化合物蒸気がそれぞれ付着し、成膜対象物13上の有機薄膜形成速度を測定できるように構成されている。

【0047】成膜対象物13の周囲と真空槽11の底壁には、液体窒素容器であるLN<sub>2</sub>シュラウド31、32がそれぞれ配置されており、真空槽11内が真空状態に

された後、液体窒素が導入されると、真空槽11内に存在する水分子が各LN<sub>2</sub>シュラウド31、32に効率よく吸着されるように構成されている。

【0048】このLN<sub>2</sub>シュラウド31、32は、蒸着中は、真空槽11の壁面方向に向かった有機化合物蒸気をトラップし、壁面に吸着された有機化合物蒸気が再離脱して成膜対象物13表面に形成される有機薄膜中に混入しないように構成されている。

【0049】他方、基板ホルダー30内にはパイプ37が引き回されており、そのパイプ37内に熱媒体を循環させると、有機薄膜形成中の成膜対象物13を50℃～100℃の温度範囲で制御性よく加熱できるように構成されており、成膜対象物13の温度制御を行うことで、その表面に密着性のよい有機薄膜を形成できるように構成されている。

【0050】有機蒸発源121、122は、図2に示すようフランジ59とOリング58によって真空槽11底壁に気密に取り付けられるように構成されており、ケーシング51上部の放出口141、142が真空槽11内に向けられるように構成されている。

【0051】ケーシング51内には、蒸発源容器50が配置されており、蒸発源容器50の周囲には、有底円筒状の均熱板55が配置されており、その均熱板55には、マイクロヒーター52が巻回されている。

【0052】均熱板55の底部には、熱電対56が設けられており、熱電対56によって均熱板55の温度が所定温度になるように監視しながら、真空槽11外部に配置された電源からマイクロヒーター52に通電して発熱させると、蒸発源容器50内に納められた有機薄膜材料54を、150℃～400℃の温度範囲の所望温度で維持できるように構成されている。

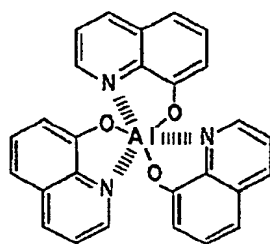
【0053】マイクロヒーター52周囲には、リフレクタ53が配置されており、マイクロヒーター52からケーシング51に向かう熱輻射を反射して、ケーシング51の温度上昇を抑え、蒸発源容器52が効率よく加熱されるように構成されている。

【0054】なお、マイクロヒーター52の巻き付け密度は、放出口141、142側で密に、蒸発源容器52の底面側で疎にされており、放出口141、142の温度が蒸発源容器52や有機物54の温度よりも高くなるように構成されており、その結果、発生した有機化合物蒸気は放出口141、142付近には付着しないようにされている。

【0055】このような有機蒸発源121、122の、一方の有機蒸発源121内に下記化学式、

【0056】

【化1】



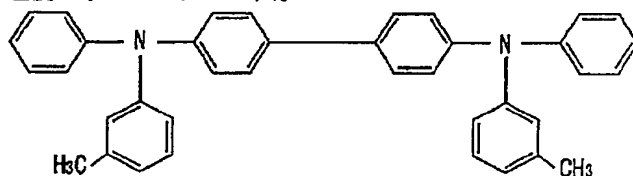
Alq3

【0057】で示される昇華性有機薄膜材料である Alq3 [Tris(8-hydroxyquinoline) aluminum, sublimed] を有機薄膜材料として配置した。

【0058】先ず、前述の真空ポンプを起動し、真空槽 11 内を真空雰囲気にし、その状態で成膜対象物 13 を搬入した。真空槽 11 内を更に真空排気し、成膜対象物 13 と、有機蒸発源 121 内の Alq3 を  $1.0 \times 10^{-6}$  Torr の真空雰囲気に置いた(図 4 : S1)。

【0059】その状態で有機蒸発源 121 内のマイクロヒーター 52 に通電し、Alq3 を  $100^\circ\text{C} \sim 200^\circ\text{C}$  に加熱した。この温度では Alq3 からの蒸気発生量は少なく、吸着ガスが放出される。20 分～30 分間の脱ガスをを行い(S2)、次いで、真空槽 11 内を真空排気しながらガス導入口 29 から窒素ガスを不活性ガスとして導入した(S3)。

【0060】真空槽 11 内と有機蒸発源 121 内が圧力  $0.1 \text{ Torr}$  の不活性ガス雰囲気で安定したところで、マイクロヒーター 52 への通電量を増やし、蒸発源 121 内の Alq3 を蒸発温度(この Alq3 では  $300^\circ\text{C}$  程度)まで昇温させた(S4)。この昇温の際には、Alq3 は不活性ガス雰囲気に置かれているので、Alq3 粒子間で熱が効率よく伝達され、温度のオーバーシュートは



TPD

【0067】で示される TPD の温度と蒸発速度の関係を図 6 のグラフに示す。図 6 のグラフから、真空雰囲気では、Alq3 では  $300^\circ\text{C}$  前後の温度で、TPD では  $230^\circ\text{C}$  前後の温度で有機化合物蒸気が発生することが分かる。他方、図 5 のグラフでは、真空雰囲気では有機化合物蒸気が発生する温度まで Alq3 を昇温させても、不活性ガス雰囲気中では Alq3 蒸気は発生していないことが分かる。従って、有機化合物蒸気的发生を、不活性ガス雰囲気の圧力で制御できることが分かる。なお、この図 5 のグラフから分かるように、不活性ガス雰囲気中で有機薄膜材料を昇温させる場合、温度オーバーシュートは観察されない。

【0068】以上の有機薄膜形成方法と比較し、従来技

術発生せず、また、Alq3 蒸気的发生は観察されなかった。

【0061】Alq3 がその蒸発温度で安定したら、不活性ガスの導入を停止し、真空槽 11 内を再度  $1.0 \times 10^{-6} \text{ Torr}$  の真空状態にした。真空槽 11 内がその圧力で安定したところで、基板シャッター 35 は閉めたままの状態、蒸発源シャッター 33 を開け、放出口 14 から Alq3 蒸気を放出させた。

【0062】Alq3 蒸気は膜厚モニター 36 に到達し、その表面に有機薄膜が形成されるので、その成長速度を測定し、成長速度が安定したところで基板シャッター 35 を開け、成膜対象物 13 表面への有機薄膜(Alq3 薄膜)の形成を開始する(S6)。

【0063】有機薄膜の形成を 5 分間行い、所定膜厚になったところで基板シャッター 35 と蒸発源シャッター 36 を閉じ、マイクロヒーター 52 への通電を停止し、蒸着を終了する(S7)。

【0064】次いで、ガス導入口 29 から真空槽 11 内に不活性ガスを導入し、有機蒸発源 121 内の Alq3 を圧力  $0.1 \text{ Torr}$  の不活性ガス雰囲気に置き、Alq3 蒸気的发生を停止させる。このとき、不活性ガスが熱媒体となり、また、対流が生じるので、Alq3 の冷却が早められる。

【0065】上述の有機薄膜形成工程での、不活性ガス雰囲気下での Alq3 の昇温開始から、蒸着が終了し冷却するまでの、Alq3 の温度変化と蒸発速度の変化を図 5 に示す。なお、真空雰囲気下での Alq3 と、下記化学式、

【0066】

【化 2】

術のように、不活性ガスを用いずに有機薄膜を形成する場合の、Alq3 の温度変化と蒸発速度の変化を図 7 のグラフに示す。昇温の際、Alq3 は真空断熱されているので、部分的過熱が生じ、温度オーバーシュートが観察される。また、昇温の際と冷却の際には Alq3 蒸気が発生しており、有機薄膜形成に寄与しない Alq3 蒸気が多量に発生していることが分かる。

【0069】次に、液体の有機薄膜材料の加熱・冷却に適した有機蒸発源を説明する。図 2 を参照し、符号 42 は液体状の熱媒体により有機薄膜材料の温度制御(加熱・冷却)を行うオイルバス方式の有機蒸発源であり、特に、 $-20^\circ\text{C} \sim 180^\circ\text{C}$  の温度域で有機薄膜材料の温度を一定に維持し、有機化合物蒸気が発生させる場合に適

している。

【0070】この有機蒸発源42は、ケーシング71と、蒸発源容器70と、加熱・冷却源60とを有しており、蒸発源容器70は、ケーシング71内にはめ込まれ、二重容器構造78となっている。加熱・冷却源60は、オイルバス63と、ヒーター65と、クーラー64とを有しており、オイルバス63内に貯えられたシリコンオイル61を加熱・冷却できるように構成されている。

【0071】シリコンオイル61内には供給パイプ661先端が浸漬されており、供給パイプ661の途中に設けられた循環ポンプ62を動作させると、オイルバス63内のシリコンオイル61は吸い上げられ、供給パイプ661を通過して二重容器構造78内に供給され、蒸発源容器70を介して有機薄膜材料74と熱交換した後、排出パイプ661を通過してオイルバス63に戻るよう構成されている。

【0072】蒸発源容器70の上端には、蒸気放出管75の一端が気密に接続されており、他端の放出口44から、蒸発源容器70内で発生した有機化合物蒸気を、図示しない真空槽内に放出できるように構成されている。

【0073】蒸気放出管75の途中には、ガスバルブ45が設けられており、蒸気放出管75の、ガスバルブ45と蒸発源容器70との間の位置にはガスパイプ43の一端が接続されている。ガスパイプ43の他端には、窒素ガスやアルゴンガス等の不活性ガスが充填されたガスボンベ46が設けられており、ガスパイプ43の途中には、ガスバルブ481、482が設けられている。ガスパイプ43は、ガスバルブ481、482の間で分岐しており、分岐部分の途中にはガスバルブ483が設けられ、先端は真空ポンプ47に接続されている。

【0074】蒸発源容器70内に有機薄膜材料74を納めた状態で、蒸気放出管75に設けられたガスバルブ45、482を閉じ、ガスバルブ481、483を開け、真空ポンプ47を動作させると蒸発源容器70内が真空排気され、有機薄膜材料74は真空雰囲気置かれる。

【0075】その状態で循環ポンプ62を動作させ、有機薄膜材料74を真空雰囲気では有機化合物蒸気が発生しない温度まで昇温させて脱ガスを行う。

【0076】次いで、ガスバルブ483を閉じ、ガスバルブ482を開けると、ガスボンベ46内の不活性ガスがガスパイプ43を通過して蒸発源容器70内に導入され、有機薄膜材料74が不活性ガス雰囲気置かれる。

【0077】蒸発源容器70内を0.1~15.0 Torr程度の圧力にし、有機薄膜材料74を不活性ガス雰囲気置いた状態でガスバルブ481、482を閉じ、次いで、シリコンオイル61の温度を上げ、有機薄膜材料74を、真空雰囲気下では有機化合物蒸気が発生する蒸発温度まで昇温させる。このとき、有機薄膜材料74は不活性ガス雰囲気置かれているので、有機化合物蒸

気は発生しない。

【0078】有機薄膜材料74が、蒸発温度で安定したところで、ガスバルブ482を閉じ、ガスバルブ481、483を開け、真空ポンプ47によって蒸発源容器70内を真空排気すると有機化合物蒸気が発生し始める。

【0079】蒸発源容器70内が所望圧力で安定したところで、ガスバルブ45を開けると、有機化合物蒸気は、蒸気放出管75を通過して放出口44から真空槽内に放出される。

【0080】蒸気放出管75にはマイクロヒーター72が巻回されており、シリコンオイル61とは別個に温度制御ができるように構成されている。有機化合物蒸気の放出の際、マイクロヒーター72に通電し、蒸気放出管75の温度が有機薄膜材料74の温度より高くなるように加熱し、蒸発源容器70内で発生した有機化合物蒸気が蒸気放出管75の途中に吸着したり、ガスバルブ45が閉塞しないようにされている。

【0081】真空槽内を $1.0 \times 10^{-6}$  Torrの圧力にした後、放出口44の上部に設けられた蒸発源シャッターを開け、放出口44上部に配置された膜厚モニターで有機化合物蒸気の発生が安定したことを確認したら、基板シャッターを開け、成膜対象物表面への有機薄膜形成を開始するのは図1の蒸着装置と同様である。

【0082】蒸着終了後は、ガスバルブ45を閉じ、蒸発源容器70内に不活性ガスを導入し、クーラー64を動作させてシリコンオイル63の温度を下げ、不活性ガス70により有機化合物蒸気の発生を抑えた状態で有機薄膜材料74の冷却を行う。他方、蒸着終了後は、有機薄膜が形成された成膜対象物を搬出し、未処理の成膜対象物を搬出し次の蒸着作業を開始する。

【0083】以上は、有機薄膜を一層だけ形成する場合について説明したが、複数の有機蒸発源を用い、多層の有機薄膜を形成する場合も、各有機蒸発源内の有機薄膜材料の昇温・冷却の際に不活性ガス雰囲気置くようにすればよい。

【0084】有機薄膜材料は液体であっても固体であってもよいが、特に、粉体状のものについては、粉体粒子間に不活性ガスが侵入し、熱媒体となるので昇温・冷却速度が早まり、有機薄膜材料の均熱性も向上させることができる。

【0085】なお、上述の不活性ガスには窒素ガスを用いたが、有機薄膜材料と反応しないガスであれば他のガスを用いることができる。

【0086】

【発明の効果】昇温、冷却の際に無駄な有機化合物蒸気が発生しなくなる。有機薄膜材料の昇温速度、冷却速度が速くなる。温度制御性が向上し、温度オーバーシュートが発生しなくなる。有機薄膜材料の均熱性が向上し、有機化合物蒸気の発生速度が安定するまでの時間が短くなる。



## 【図面の簡単な説明】

【図 1】 本発明の蒸着装置の一例

【図 2】 その蒸着装置に用いられる有機蒸発源の一例

【図 3】 本発明の有機蒸発源の一例

【図 4】 本発明方法の工程を説明するためのフローチャート

【図 5】 本発明方法で有機薄膜を形成する場合の有機薄膜材料の温度変化と蒸発速度の変化を説明するためのグラフ

【図 6】  $Alq_3$  と TPD の温度と蒸発速度の関係を説明するためのグラフ

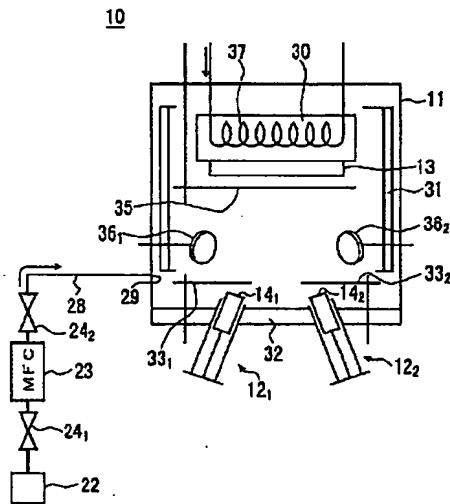
【図 7】 従来技術で有機薄膜を形成する場合の有機薄膜材料の温度変化と蒸発速度の変化を説明するためのグラフ

【図 8】 (a)～(e)：従来技術の蒸発源を説明するための図

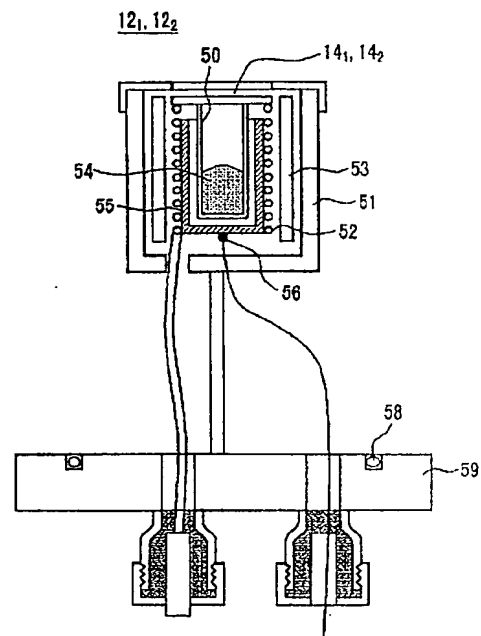
## 【符号の説明】

10……蒸着装置      11……真空槽      12<sub>1</sub>、12<sub>2</sub>、  
 42……有機蒸発源  
 13……成膜対象物      29……ガス導入口      50、  
 70……蒸発源容器  
 54、74……有機薄膜材料

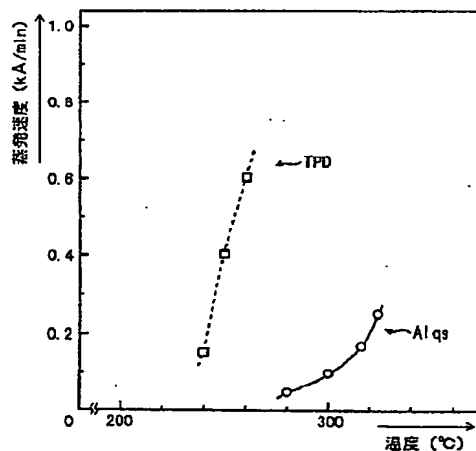
【図 1】



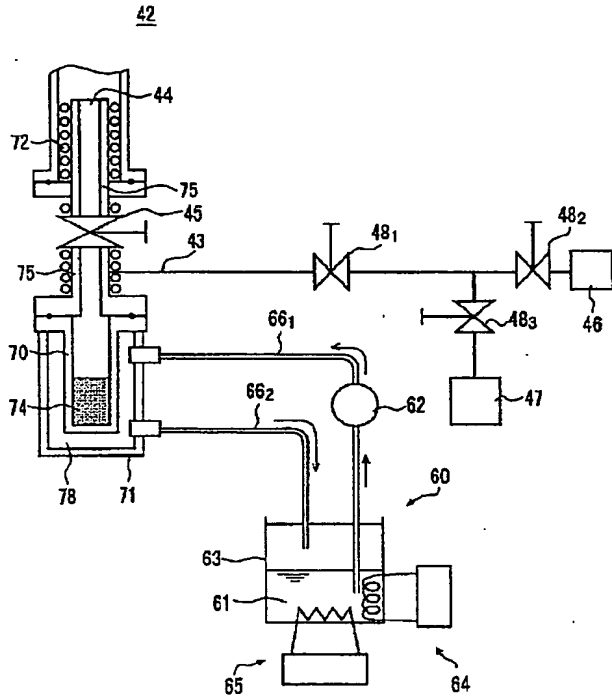
【図 2】



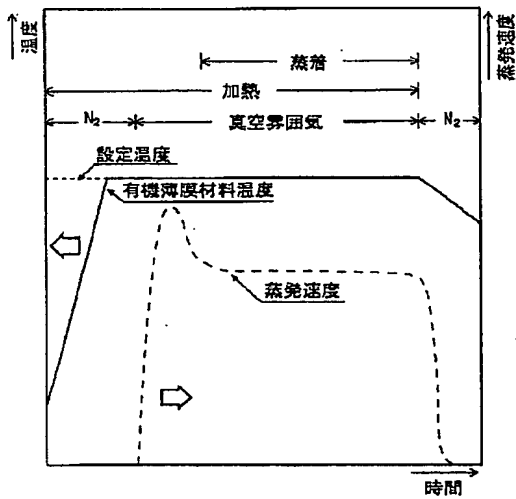
【図 6】



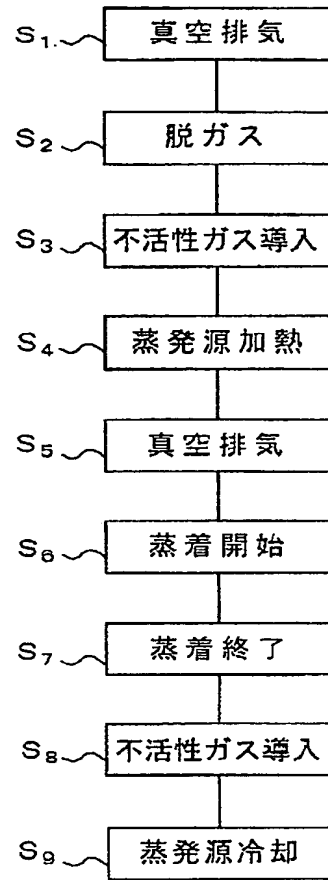
【図3】



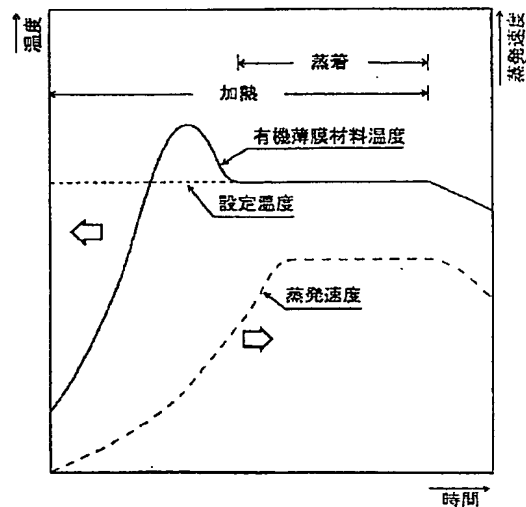
【図5】



【図4】



【図7】



【図 8】

